






Transparent fire-screening panels

Patent number: DE3740330
Publication date: 1988-06-16
Inventor: TOUSSAINT FRANCOIS (BE); GOELFF PIERRE (BE)
Applicant: GLAVERBEL (BE)
Classification:
 - international: C03C27/12; E04B1/94; E06B5/16; B32B17/06; C09K21/02
 - european: B32B17/10E18; C01B33/32B; C03C17/22; E06B5/16B
Application number: DE19873740330 19871127
Priority number(s): LU19860086691 19861201

Also published as:

 US4873146 (A1)
 NL8702830 (A)
 LU86691 (A)
 JP63160833 (A)
 GB2199535 (A)

more >>

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE3740330

Abstract of corresponding document: **US4873146**

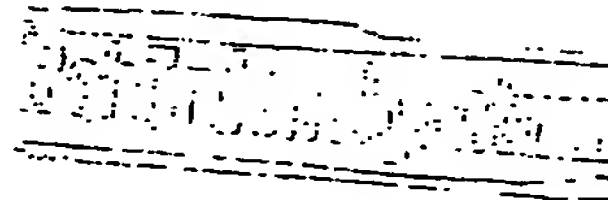
A transparent fire-screening glazing panel has at least one solid intumescent layer comprising a hydrated alkali metal silicate and at least one sheet of glazing material, and the layer of intumescent material contains at least one silicate-stabilizing agent. Suitable stabilizing compounds include at least partially dissociated nitrogenized organic compounds, especially quaternary ammonium compounds such as tetramethylammonium hydroxide. To manufacture such a panel, the silicate-stabilizing agent may be incorporated into an aqueous solution of the intumescent material which is then hardened by drying to form the layer. Alternatively, the silicate-stabilizing agent may be incorporated into an aqueous solution of the intumescent material which is then dried to form grains which are subsequently incorporated into a layer held sandwiched between two sheets of glazing material.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide



DEUTSCHES
PATENTAMT

②① Aktenzeichen: P 37 40 330.3
②② Anmeldetag: 27. 11. 87
②③ Offenlegungstag: 16. 6. 88



DE 37 40 330 A 1

③① Unionspriorität: ③② ③③ ③①
01.12.86 LU 86691

⑦① Anmelder:
Glaverbel, Brüssel/Bruxelles, BE

⑦④ Vertreter:
Deufel, P., Dipl.-Chem.Dipl.-Wirtsch.-Ing.Dr.rer.nat;
Schön, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Hertel, W.,
Dipl.-Phys.; Lewald, D., Dipl.-Ing.; Otto, D., Dipl.-Ing.
Dr.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦② Erfinder:
Toussaint, Francois, Mintignies-le-Tilleul, BE; Goelff,
Pierre, Nalinnes, BE

⑥④ Transparente Feuerschutzscheiben

Eine transparente Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen aufschäumenden Schicht aus einem hydratisierten Alkalisilikat und wenigstens einer Verglasungsmaterialplatte, wobei die Schicht aus aufschäumendem Material wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel enthält. Zu geeigneten Stabilisierungsverbindungen gehören wenigstens teilweise dissoziierte stickstoffhaltige organische Verbindungen, insbesondere quaternäre Ammoniumverbindungen, wie Tetramethylammoniumhydroxid. Zur Herstellung einer solchen Scheibe kann das silikatstabilisierende Mittel in eine wäßrige Lösung des aufschäumenden Materials eingebracht werden, das dann durch Trocknen unter Bildung der Schicht gehärtet wird. Alternativ kann das silikatstabilisierende Mittel in eine wäßrige Lösung des aufschäumenden Materials eingebracht werden, die dann getrocknet wird, um Körner zu bilden, die anschließend in eine Schicht eingebracht werden, die zwischen zwei Scheiben von Verglasungsmaterial sandwichartig eingeschlossen ist.

DE 37 40 330 A 1

1. Transparente Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen aufschäumenden Schicht aus einem hydratisierten Alkalisilikat und wenigstens einer Verglasungsmaterialplatte, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht aus aufschäumendem Material wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel enthält.
2. Scheibe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das silikatstabilisierende Mittel mindestens eine organische Stickstoffverbindung, die wenigstens teilweise dissoziiert vorliegt, enthält.
3. Scheibe nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Stickstoffverbindung eine Aminoverbindung ist.
4. Scheibe nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das silikatstabilisierende Mittel wenigstens eine quartäre Ammoniumverbindung enthält.
5. Scheibe nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das silikatstabilisierende Mittel Tetramethylammoniumhydroxid enthält.
6. Scheibe nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das silikatstabilisierende Mittel in einer Menge von nicht mehr als 1 Gew.-% der Schicht, vorzugsweise in einer Menge zwischen 0,2 und 0,6 Gew.-% der Schicht vorliegt.
7. Scheibe nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das hydratisierte Alkalisilikat ein Natriumsilikat mit einem Gewichtsverhältnis von $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ von 2,5 bis 5 und vorzugsweise von 3 bis 4 aufweist.
8. Scheibe nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die aufschäumende Schicht einen Restwassergehalt zwischen 25 und 35 Gew.-% aufweist.
9. Scheibe nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die aufschäumende Schicht ein Adjuvans enthält, ausgewählt aus der Gruppe der Saccharide und Polyhydroxyalkohole mit 6 oder weniger Hydroxylgruppen und welches so eingestellt ist, daß es das Aufschäumen beeinflusst, so daß die Wärmeübertragung über die Scheibe beim Ausbruch des Feuers verzögert ist.
10. Scheibe nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Adjuvans in einem Anteil von nicht mehr als 10 Gew.-% der Schicht vorliegt.
11. Scheibe nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die oder eine aufschäumende Schicht sandwichartig zwischen zwei Platten Verglasungsmaterial eingebracht ist.
12. Verfahren zur Herstellung einer transparenten Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen aufschäumenden Schicht, die ein hydratisiertes Alkalisilikat und wenigstens eine Platte Verglasungsmaterial enthält, dadurch gekennzeichnet, daß man wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel in eine wäßrige Lösung eines Aufschäumungsmaterials einbringt, welches dann durch Trocknung gehärtet wird, um eine Schicht zu bilden.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials ausreichend basisch hält, um eine stickstoffhaltige organische Verbindung, die als silikatstabilisierendes Mittel verwendet wird, wenigstens teilweise zu lösen.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch

gekennzeichnet, daß man Tetramethylammoniumhydroxid als silikatstabilisierendes Mittel in die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials in einer Menge zwischen 0,1 und 0,3 Gew.-% vor der Trocknung zur Bildung des Überzugs einbringt.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials über die Platte aus Verglasungsmaterial gießt und dann durch Trocknung in situ härten läßt, um einen Überzug herzustellen, der an der Platte haftet.

16. Verfahren zur Herstellung einer transparenten Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen Schicht von aufschäumendem Material, wobei ein hydratisiertes Alkalisilikat sandwichartig zwischen zwei Platten Verglasungsmaterial enthalten ist, dadurch gekennzeichnet, daß man wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel in eine wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials einbringt, welches dann getrocknet wird, um Körner zu bilden, die dann in die sandwichartige Schicht eingebracht werden.

17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß man die Körner sandwichartig zwischen die Platten bringt und in eine Schicht umformt, die dazu dient, die Platten miteinander zu verbinden.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft transparente Feuerschutz-Verglasungsscheiben mit wenigstens einer festen aufschäumenden ein hydratisiertes Alkalisilikat enthaltenden Schicht und wenigstens einer Platte Verglasungsmaterial. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Scheibe.

Schichten aus Aufschäumungsmaterial werden häufig mit Platten für Verglasungsmaterial zur Bildung von Feuerschutzscheiben in Verbindung gebracht. Beispielsweise kann eine solche Schicht sandwichartig zwischen zwei Glasplatten eingebracht werden. Eine wichtige Anwendung solcher Scheiben sind transparente Verschlüsse der Sichtöffnungen von Räumen oder anderen Abgrenzungen, wo Brandgefahr bestehen kann.

Es ist sehr wichtig, daß die Schicht des Aufschäumungsmaterials einer solchen Scheibe durchsichtig ist und daß sie ihre hohe Transparenz und ihre akzeptablen optischen Eigenschaften aufrechterhält bis sie aufgrund eines Feuerausbruchs anzuschwellen beginnt.

Ein Problem, welches mit der Verwendung von hydratisierten Silikatschichten als Aufschäumungsmaterial verbunden ist, ist die schnelle Alterung des Materials im Laufe der Zeit. Diese Alterung erscheint als Verringerung der Transparenz des hydratisierten Aufschäumungsmaterials, welches seinerseits die Transparenz der Scheibe verringert. Eine solche Zerstörung der Eigenschaften einer Scheibe ist ein deutlicher Nachteil für ihre Verwendung. Das Problem der verringerten Transparenz aufgrund des Alterns einer Feuerschutzscheibe ist seit einigen Jahren bekannt und es wurden viele Versuche unternommen, dieses Problem zu lösen. Ein Hauptgrund für die Transparenzverringering war das Auftreten von Mikrobäschen in oder an der Oberfläche der Schicht und es ist bekannt, die Lösung des hydratisierten Alkalisilikats unter Verwendung von Wasser herzustellen, welches entgast wurde, und beim Mischen der Lösung vorsichtig zu sein und nicht zu stark zu rühren, da sonst Luft oder andere Gase wieder gelöst

werden, und wieder auftreten, wenn die getrocknete Schicht altert. Obwohl auf diese Weise eine Verbesserung der Alterungseigenschaften der Scheibe erreicht wird, ist dies insgesamt noch nicht befriedigend. Auch wenn bekannte Feuerschutzscheiben geeignete Alterungseigenschaften zum Gebrauch im Inneren eines Gebäudes aufweisen können, wurde festgestellt, daß ihre Alterungseigenschaften unter Bedingungen, wo sie einer milden Hitze ausgesetzt sind, beispielsweise wegen direkter Sonnenbestrahlung, nicht ausreichend sind. Dieser Aspekt des Problems manifestiert sich im Auftreten von Trübungen in der Aufschäumungsschicht und es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Feuerschutzscheibe bereitzustellen, bei der das Auftreten einer Trübung verzögert ist.

Erfindungsgemäß wird eine transparente Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen aufschäumenden Schicht bereitgestellt, die ein hydratisiertes Alkalisilikat und wenigstens eine Platte Verglasungsmaterial enthält, dadurch gekennzeichnet, daß die Schicht des Aufschäumungsmaterials wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel enthält.

Es wurde gefunden, daß eine solche erfindungsgemäße Scheibe verbesserte Alterungseigenschaften aufweist, insbesondere deswegen, weil das Auftreten von Trübungen in der Aufschäumungsschicht verzögert oder unterbunden ist.

Die Gründe dafür sind noch nicht vollständig geklärt. Derzeit wird angenommen, daß das Silikatstabilisierungsmittel die Phasentrennung in der festen Schicht des Aufschäumungsmaterials unterbindet. Die Phasentrennung könnte eine Diskontinuität in der Struktur der Schicht veranlassen, die ein Auftreten einer Trübung zur Folge hat. Diese Theorie wird lediglich als Erklärung für das Phänomen angeboten, die verbesserten Eigenschaften sind aber davon nicht abhängig.

Silikatstabilisierende Mittel sind als solche bei Produkten bekannt, die als Farben Verwendung finden, beispielsweise aus der US-PS 36 25 722. Im Bereich der Farbentechnologie ergeben sich ganz andere Probleme. Ein bestimmtes Problem, welches durch die Verwendung dieser silikatstabilisierenden Mittel gelöst wurde, betrifft die Anforderung an schnelles Härten, um eine Bindung in der getrockneten Farbe zu ergeben, die in Wasser unlöslich und somit wetterfest ist. Diese Anforderung wird durch ein sehr hohes Siliciumdioxid/Alkaliverhältnis in der Silikatmischung erfüllt, und in Abwesenheit des Stabilisierungsmittels hat eine solche Lösung eine sehr kurze Lagerfähigkeit. Das ist jedoch ein Problem, welches von dem, an das sich die vorliegende Erfindung richtet, nämlich die Verhinderung oder Verzögerung des Auftretens von Trübung in einer festen Schicht hydratisierten Silikats, völlig verschieden ist. Wie bereits erwähnt wurde, ist dieses Problem seit einiger Zeit bekannt und keine befriedigende Lösung wurde bisher vorgeschlagen.

Einen weiteren Vorteil weist die Erfindung auf. Seit einiger Zeit ist bekannt, daß das Verhältnis Siliciumdioxid zu Alkalimetall in einer Schicht hydratisierten Alkalisilikats einen wichtigen Einfluß auf das Verhalten der Schicht bei Einwirken von Feuer besitzt und das für eine gute Feuerbeständigkeit dieses Verhältnis eher höher sein sollte, als es bisher wegen seiner schlechten optischen Eigenschaften zu verwenden möglich war. Es wurde festgestellt, daß es durch die Anwendung der Erfindung viel einfacher ist, das Verhältnis zwischen Silikat und Alkalimetall auf ein Ausmaß einzustellen, das für die Feuerbeständigkeit von Vorteil ist und trotzdem

noch gute und anhaltend gute optische Eigenschaften aufrechtzuerhalten.

Vorzugsweise enthält das silikatstabilisierende Mittel wenigstens eine organische Stickstoffverbindung, die wenigstens teilweise dissoziiert vorliegt. Solche Verbindungen ermöglichen leicht eine Stabilisierung von Aufschäumungsmaterialien auf Silikatbasis, ohne diese zu färben oder ihre Transparenz oder Feuerfestigkeitseigenschaften zu beeinflussen. Wenn das hydratisierte Alkalisilikat nicht über einen ausreichend basischen Charakter verfügt, um die ausgewählte Stickstoffverbindung wenigstens teilweise zu dissoziieren, reicht es aus, dem Silikat eine geringe Menge einer starken Base, wie Natriumhydroxid hinzuzufügen, um die Basizität des Materials in der Aufschäumungsschicht zu erhöhen.

In einigen bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung ist diese Stickstoffverbindung eine Aminoverbindung. Aminoverbindungen, die in einem basischen Medium wenigstens teilweise dissoziierbar sind, wurden als sehr wirksam zur Stabilisierung von Aufschäumungsmaterialschichten befunden. Es ist beispielsweise möglich, eine Stickstoffverbindung mit der allgemeinen Formel R_2NH zu verwenden, in der R ein Alkylrest, vorzugsweise mit weniger als 10 Kohlenstoffatomen, ist. Eine solche Verbindung ist wenigstens teilweise in einem basischen Medium dissoziierbar. Eine derartige Verbindung, vermischt mit einem basischen Medium, das hauptsächlich ein hydratisiertes Alkalisilikat und eine fakultative Zugabe einer geringen Menge einer starken Base enthält, stellt ein zur Ausführung der Erfindung nützliches Silikatstabilisierungsmittel dar. Ein in einem basischen Medium wenigstens teilweise dissoziierbares tertiäres Amin kann ähnlich als silikatstabilisierendes Mittel verwendet werden.

In einer anderen bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthält das silikatstabilisierende Mittel wenigstens eine quartäre Ammoniumverbindung. Solche Produkte sind als Stabilisierungsmittel für die Silikate in einer Aufschäumungsschicht sehr wirksam. Tetramethylammoniumhydroxid ist ein besonders geeignetes Silikatstabilisierungsmittel. Es ist in der Ausgangslösung, welche zur Bildung der Aufschäumungsmaterialschicht verwendet wird, sehr leicht löslich und das ist ein beträchtlicher Vorteil bei der Herstellung einer Scheibe.

Diese organischen Verbindungen haben den Vorteil, daß sie entweichen, wenn die Scheibe der Wirkung eines Feuers ausgesetzt wird. In ihrer wenigstens teilweise dissoziierten Form stellen diese Verbindungen Hydroxylionen bereit, die an der Stabilisierung der Silikatlösung teilhaben, ohne das Gewichtsverhältnis von Siliciumdioxid in dem Alkalisilikat zu verändern. Sie geben deshalb keinen Anlaß für eine Verschlechterung der Feuerbeständigkeit dieser Scheibe, verglichen mit einer Scheibe, die kein Stabilisierungsmittel aufweist, sonst aber identisch ist.

Das Stabilisierungsmittel kann in der Schicht in einem Anteil von einigen Prozenten vorhanden sein, ohne natürlich seine Löslichkeitsgrenze in der Schicht des Aufschäumungsmaterials zu überschreiten. Vorzugsweise ist das Silikatstabilisierungsmittel jedoch in einer Menge von nicht mehr als 1 Gew.-% der Schicht vorhanden und noch bevorzugter in einer Menge zwischen 0,2 und 0,6 Gew.-% der Schicht. Es ist überraschend, daß die Verwendung so geringer Anteile eines Stabilisierungsmittels eine so vorteilhafte Wirkung verursacht. Das ist von besonderer Wichtigkeit, weil der spezifische Verbrauch des Stabilisierungsmittels in der Herstellung der Scheiben sehr gering ist und dementsprechend zusätzli-

5 che Kosten bei der Verwendung eines solchen Mittels im Produkt sehr gering sind.

Es wurde bereits erwähnt, daß die Verwirklichung der erfindungsgemäßen Maßnahme es sehr leicht macht, das Verhältnis zwischen Siliciumdioxid und Alkalimetall in der Aufschäumungsschicht auf ein für die Feuerbeständigkeit nützliches Maß einzustellen und dabei gute optische Eigenschaften beizubehalten. Es ist festzustellen, daß hydratisierte Alkalisilikate, die teilweise reich an Siliciumdioxid sind, hinsichtlich ihrer Feuerbeständigkeit besser zu verwenden, die Schichten aus solchen Materialien aber schwieriger herzustellen sind. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist das hydratisierte Alkalisilikat ein Natriumsilikat mit einem Gewichtsverhältnis von $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ von 2,5 bis 5 und vorzugsweise von 3 bis 4. Scheiben mit Aufschäumungsschichten dieser Silikate stellen hinsichtlich der Leichtigkeit der Herstellung, der guten Feuerbeständigkeit und guten optischen Eigenschaften einen vorteilhaften Kompromiß dar.

In bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung weist die Aufschäumungsschicht einen Restwassergehalt zwischen 25 und 35 Gew.-% auf.

Vorteilhafterweise enthält die Aufschäumungsschicht ein Adjuvans aus der Gruppe der Saccharide und Polyhydroxyalkohole mit sechs oder weniger Hydroxylgruppen, wobei das Adjuvans so ausgewählt wird, daß es das Aufschäumen so beeinflusst, daß die Hitzeübertragung über die Scheibe beim Ausbruch des Feuers verzögert ist. Glycerin, Ethylenglykol und Saccharose sind Beispiele besonders geeigneter Adjuvantien. Diese Adjuvantien verleihen der Scheibe eine verbesserte Feuerbeständigkeit. Glycerin und Ethylenglykol haben einen weiteren wichtigen Vorteil, wenn die Schicht des Aufschäumungsmaterials direkt durch Trocknung der Lösung des Materials gebildet wird, weil sie die schnelle Trocknung der Schicht begünstigen ohne daß dabei Rißbildung auftritt. Das ermöglicht die Bildung dicker transparenter Schichten ohne sehr lange Trocknungszeit.

Vorzugsweise ist dieses Adjuvans in einem Anteil von nicht mehr als 10 Gew.-% der Schicht vorhanden. Diese Anteile wurden als optimal zum Erreichen der gewünschten Ergebnisse befunden.

Vorteilhafterweise wird die oder werden die Aufschäumungsschicht(en) sandwichartig zwischen zwei Platten Verglasungsmaterial gebracht, vorzugsweise derart, daß die beiden Platten miteinander verbunden werden. Dadurch wird die Schicht vor physischem Schaden geschützt und kann eine zum Einsetzen in einen Rahmen geeignete Scheibe für den Verschuß einer Sichtöffnung bilden.

Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung einer transparenten Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit wenigstens einer festen Aufschäumungsschicht, die ein hydratisiertes Alkalisilikat und wenigstens eine Platte Verglasungsmaterial umfaßt. Dieses Verfahren ist dadurch charakterisiert, daß wenigstens ein silikatstabilisierendes Mittel in eine wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials eingebracht wird, die dann durch Trocknung gehärtet wird, um die Schicht zu bilden.

Dieses Verfahren erlaubt die Herstellung einer Aufschäumungsmaterialschicht, die gute optische Eigenschaften besitzt und diese über einen langen Zeitraum beibehält, ohne vorzeitig zu altern. Das Verfahren erlaubt die Herstellung einer Feuerschutzscheibe, die eine Aufschäumungsschicht eingeschlossen enthält und die

zur gleichen Zeit eine gute Feuerbeständigkeit und gute Transparenzeigenschaften aufweist, welche für eine beträchtlich längere Zeitdauer (in Abwesenheit von Feuer) beibehalten werden als bei Scheiben, die kein Silikatstabilisierungsmittel aufweisen ansonsten aber identisch sind.

Weiterhin ermöglicht der Einschluß eines Silikatstabilisierungsmittels eine leichtere Einstellung des Verhältnisses Siliciumdioxid zu Alkalimetall auf ein Ausmaß, welches nützlich für die Feuerbeständigkeit ist und wobei gleichzeitig die guten und dauerhaft guten optischen Eigenschaften in der Schicht des hydratisierten Alkalisilikats beibehalten werden. Wird beispielsweise Natriumsilikat verwendet, erlaubt das Silikatstabilisierungsmittel eine Erhöhung des Verhältnisses $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ auf Werte, die für die Feuerbeständigkeit günstiger sind als $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnisse von hydratisierten Natriumsilikatlösungen, die für gewöhnlich im Handel erhältlich sind.

Vorteilhafterweise ist die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials ausreichend basisch oder wird ausreichend basisch gemacht, um eine organische Stickstoffverbindung, die das Silikatstabilisierungsmittel darstellt, wenigstens teilweise zu lösen. Dies ist eine sehr einfache Art der Stabilisierung des Aufschäumungsmaterials, ohne einen Nachteil hinsichtlich der Feuerbeständigkeit der das Aufschäumungsmaterial einschließenden Scheibe in Kauf zu nehmen. Ist das Alkalisilikat für diesen Zweck selbst nicht ausreichend basisch, kann eine geringe Menge einer starken Base wie beispielsweise NaOH , hinzugefügt werden. Beispielsweise kann ein sekundäres oder tertiäres Amin in wenigstens teilweise dissoziierter Form als Silikatstabilisierungsmittel verwendet werden.

In einigen bevorzugten Ausführungsformen dieser Erfindung wird Tetramethylammoniumhydroxid als Silikatstabilisierungsmittel in die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials in einer Menge zwischen 0,1 und 0,3 Gew.-% vor dem Trocknen zur Bildung des Überzugs eingebracht. Dies ist eine sehr einfache und effektive Weise zur Herstellung einer stabilen Schicht von Aufschäumungsmaterial in einer Feuerschutzscheibe, die zu einer Schicht mit einer guten Beständigkeit gegenüber Trübungsbildung im Laufe der Zeit führt.

Die Silikatlösung kann beispielsweise über eine flexible Platte aus Kunststoffmaterial gesprüht und durch Trocknung unter Bildung einer gleichförmigen Schicht gehärtet werden. Ist die Schicht einmal ausgehärtet kann sie auf eine feste Verglasungsmaterialplatte aufgebracht und die Kunststoffplatte davon abgeschält werden. Eine weitere feste Verglasungsmaterialplatte kann auf die ausgehärtete Schicht auf der ersten Platte aufgebracht werden und diese Vorrichtung kann unter Bildung einer Schichtscheibe verbunden werden.

Es wird aber bevorzugt, daß die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials über die Verglasungsmaterialplatte gegossen und darauf durch Trocknung in situ unter Bildung eines Überzugs, der auf der Platte haftet, gehärtet wird. Dadurch werden verschiedene unnötige Herstellungsstufen vermieden und es ist leichter die Integrität und Qualität der Schicht zu erhalten.

Das verwendete Verglasungsmaterial kann eine Platte aus im wesentlichen festem Kunststoffmaterial sein, ist aber vorzugsweise aus glasartigem Material.

Die Erfindung betrifft ebenfalls ein Verfahren zur Herstellung einer transparenten Feuerschutz-Verglasungsscheibe aus wenigstens einer festen Aufschäumungsmaterialschicht, die ein hydratisiertes Alkalisili-

kat sandwichartig zwischen zwei Platten Verglasungsmaterial enthält, gekennzeichnet durch wenigstens ein Silikatstabilisierungsmittel, welches in die wäßrige Lösung des Aufschäumungsmaterials eingebracht ist und unter Bildung von Körnern, die nachfolgend in die sandwichartige Schicht eingelagert werden, getrocknet wird.

Vorzugsweise liegen die Körner sandwichartig zwischen den Platten und sind in die Schicht überführt worden, die die Platten aneinander bindet.

Beispielsweise kann die Silikatlösung auf einer erwärmten rotierenden Trommel getrocknet werden. Ein schnelles Trocknen des hydratisierten Alkalisilikats zur Bildung einer Aufschäumungsschicht, wie es auf einer rotierenden Trommel stattfindet ist bekannt, um eine schnelle Phasentrennung innerhalb der Silikatschicht und nur geringe Alterungseigenschaften zu fördern. Das erfindungsgemäße Verfahren verhindert eine solche Phasentrennung, wenn das Silikat schnell wie auf einer rotierenden Trommel getrocknet wird und so die Bildung einer transparenten Feuerschutz-Verglasungsscheibe erreicht wird, die ihre Transparenz über einen längeren Zeitraum aufrechterhält als es ohne Verwendung eines Silikatstabilisierungsmittels möglich ist.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele erläutert.

Beispiel 1

Eine transparente Feuerschutz-Verglasungsscheibe mit einer sandwichartig zwischen zwei Glasplatten liegenden Schicht aus Aufschäumungsmaterial wurde in folgender Weise hergestellt:

Es wurde eine wäßrige Lösung aus 64 Gew.-% Wasser und Natriumsilikat mit einem Gewichtsverhältnis von $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ von 3,4:1 zubereitet. Dazu wurden 2 Gew.-% Glycerin hinzugegeben. Die Verwendung von Glycerin hilft die Neigung zur Ribbildung der Natriumsilikatschicht, wie in der FR-PS 23 99 513 (GB-PS 16 04 388) beschrieben, zu vermindern. In Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung wurde ein silikatstabilisierendes Mittel hinzugefügt. In diesem Beispiel war das verwendete Mittel Tetramethylammoniumhydroxid in einer Menge von 0,3 Gew.-% in der Lösung. Diese Lösung wurde dann auf eine 4 mm dicke Platte aus herkömmlichem Natronkalkglas unter Bildung einer gleichförmigen Überzugs von 2,8 mm Dicke gegossen. Die beschichtete Platte wurde in eine Kammer gebracht, in der die Temperatur fortschreitend bis 90°C bei einer relativen Feuchtigkeit von etwa 85% erhöht wurde, um das Aufschäumungsmaterial bis zu einem Wassergehalt von etwa 29 Gew.-% der Schicht zu trocknen. Das Tetramethylammoniumhydroxid war in dem erhaltenen Überzug in einer Menge von etwa 0,55 Gew.-% der Schicht vorhanden. Dieses Trocknungsverfahren dauerte etwa 20 h. Die die getrocknete Silikatschicht tragende Glasplatte wurde dann mit einer anderen Glasplatte in bekannter Weise zusammengebaut, um eine transparente beschichtete Feuerschutzscheibe herzustellen.

Die erhaltene Scheibe wurde einem Schnellalterungstest unterworfen, in der die Scheibe 5 Tage lang einer Temperatur von 80°C ausgesetzt war. Nach Ablauf dieser Zeit war in der Glasscheibe keinerlei Trübung zu erkennen. Zu Vergleichszwecken wurde eine zweite Scheibe nach den gleichen Verfahrensstufen hergestellt mit der Ausnahme, daß die Hinzugabe des Stabilisierungsmittels unterblieb. Nachdem diese zweite Scheibe dem gleichen Schnellalterungstest unterworfen war,

zeigte sie eine leichte Trübung der Aufschäumungsschicht.

In einer Variante dieses Beispiels wurde Glycerin durch 1% Saccharose ersetzt. Es wurden gleiche Ergebnisse erhalten.

Beispiel 2

Eine zweite transparente Feuerschutz-Verglasungsscheibe, wie die aus Beispiel 1, wurde in folgender Weise hergestellt.

Zu einer im Handel erhältlichen wäßrigen Lösung, die 60 bis 70 Gew.-% Wasser und Natriumsilikat in einem Gewichtsverhältnis von $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ zwischen 3,3:1 und 3,4:1 enthält, wurden 1% Silikatstabilisierungsmittel hinzugegeben. In diesem Beispiel war das verwendete Silikatstabilisierungsmittel ein tertiäres Amin wie Trimethylamin. Um die Lösung diesesamins zu beschleunigen wurden 0,2 Gew.-% NaOH zu der Silikatlösung hinzugegeben, wobei ein ausreichender basischer pH-Wert erhalten wurde. Die Lösung wurde in einer erwärmten rotierenden Trommel, wie in dem Verfahren der BE-PS 9 01 910 (GB-PS 21 55 852) beschrieben, getrocknet. Das getrocknete Produkt wurde in Körner zerbrochen. Wegen der Anwesenheit des Silikat-Stabilisierungsmittels fand keine Abtrennung des Siliciumdioxids innerhalb des Materials während der Trocknung in der Trommel statt.

Die Körner des getrockneten Silikats wurden gesiebt, um die Fraktion mit Korngrößen zwischen 0,1 mm und 0,4 mm zu erhalten. Diese wurden auf eine Glasplatte mit einem Bindemittel aus hydratisiertem Natriumsilikat mit dem gleichen $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ -Gewichtsverhältnis wie die Körner, und einem Wassergehalt von 67 Gew.-% aufgebracht, um eine 2 mm dicke Schicht zu bilden. Das Bindemittel enthielt die gleichen Anteile des gleichen silikatstabilisierenden Mittels, wie es in der Lösung, aus der die Körner hergestellt wurden, verwendet wurde. Die Körner und die Bindemittellösung wurden in ungefähren Volumenteilen von 100:30 verwendet, so daß der erhaltene Überzug einen Gesamtwassergehalt von etwa 34 Gew.-% enthielt. Eine zweite Glasplatte wurde auf die so gebildete Schicht aufgebracht und sie wurden durch ein Verfahren, beschrieben in der BE-PS 8 76 825 (GB-PS 20 23 452), verbunden, um eine beschichtete Scheibe zu erhalten.

Nach einem Schnellalterungstest (5 Tage bei 80°C) waren keine Spuren von Trübung in der Scheibe zu entdecken.

In einer Variante dieses Beispiels wurde zur Herstellung der Schicht auf der Glasplatte kein Bindemittel verwendet. Eine beschichtete Platte wurde hergestellt und wieder waren nach einem Schnellalterungstest keine Spuren von Trübung zu entdecken.

In einer weiteren Variante wurde ein sekundäres Amin, wie Dimethylamin, als Silikatstabilisierungsmittel verwendet. Wieder wurde eine geringe Menge einer starken Base, wie NaOH, hinzugegeben, um die Lösung desamins zu beschleunigen. Es wurden wieder gute Ergebnisse erhalten. In einer Variante der vorstehenden Beispiele wurde eine Lösung, die Natriumsilikat in einem Gewichtsverhältnis von $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ von 5:1 und etwa 8% Tetramethylammoniumhydroxid als Silikatstabilisierungsmittel enthält, hergestellt. Die Verwendung dieses Mittels hat beträchtliche Vorteile auch zur Herstellung der Lösung. Nach Trocknung und Bildung einer Schicht kann dieses Material in eine Feuerschutzscheibe aufgenommen werden und weist hervorragende bestän-

OS 37 40 330

dige Feuerschutzeigenschaften auf und zeigt nach
Durchführung eines Schnellalterungstests keine Trü-
bung.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65